

## STUDI PERUBAHAN STRUKTUR KRISTAL MATERIAL HASIL PERLAKUAN *EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING* RUTE *Bc* DENGAN VARIASI JUMLAH PASS: STUDI KASUS SAMPEL ALUMINIUM PADUAN 5052

R. Ibrahim Purawiardi<sup>1</sup>, I. Nyoman Gede Putrayasa Astawa<sup>2</sup> dan Effendi Mabru<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Pusat Penelitian Fisika - LIPI

Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang Selatan

<sup>2</sup>Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI

Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang Selatan

E-mail: [ibrahimpurawiardi@gmail.com](mailto:ibrahimpurawiardi@gmail.com)

Diterima: 7 Juni 2016

Diperbaiki: 15 September 2016

Disetujui: 30 September 2016

### ABSTRAK

**STUDI PERUBAHAN STRUKTUR KRISTAL MATERIAL HASIL PERLAKUAN *EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING* RUTE *Bc* DENGAN VARIASI JUMLAH PASS: STUDI KASUS SAMPEL ALUMINIUM PADUAN 5052.** Proses *Equal-Channel Angular Pressing* (ECAP) merupakan salah satu metode yang digunakan untuk memodifikasi ukuran butir pada logam pejal. Studi ini menganalisis pengaruh jumlah *pass* pada logam hasil perlakuan ECAP rute *Bc*, yang dititikberatkan pada perubahan struktur kristal yang terjadi. Studi ini bertujuan untuk mengetahui struktur kristal yang diinginkan, dengan diprediksi berdasarkan jumlah *pass* yang ditentukan. Untuk memudahkan studi ini, digunakan data sekunder hasil uji *X-Ray Diffractometer* (XRD) pada sampel aluminium yang diberi perlakuan ECAP rute *Bc* dengan variasi jumlah *pass* yang berbeda. Ada empat sampel yang digunakan. Satu sampel tidak diberikan perlakuan ECAP sebagai sampel pembanding, tiga sampel lainnya diberikan perlakuan ECAP rute *Bc* dengan variasi jumlah *pass* 2, 4, dan 8. Analisis kualitatif dan kuantitatif hasil uji XRD dilakukan menggunakan perangkat lunak *Rigaku PDXL*. Hasil analisis menunjukkan bahwa perlakuan ECAP rute *Bc* pada sampel uji menyebabkan perubahan struktur kristal, regangan kisi, dan ukuran kristalit pada sampel uji. Perlakuan ECAP rute *Bc* dengan jumlah *pass* yang tepat dapat menyeragamkan struktur kristal menjadi lebih homogen dan rapi. Struktur kristal yang diinginkan dapat diprediksi berdasarkan jumlah *pass* yang ditentukan. Namun, regangan kisi dan ukuran kristalit tidak dapat diprediksi berdasarkan jumlah *pass* yang ditentukan.

**Kata kunci:** ECAP, Rute *Bc*, Jumlah *pass*, Regangan kisi, Ukuran kristalit

### ABSTRACT

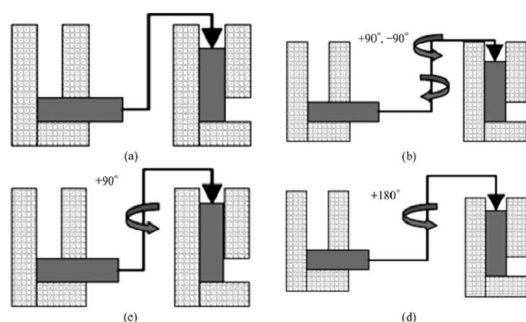
**STUDY OF THE CHANGE OF CRYSTAL STRUCTURE OF *Bc* ROUTE *EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING* MATERIAL WITH THE VARIATION OF PASS NUMBER: A CASE STUDY OF ALUMINUM-ALLOY 5052.** The *Equal Channel Angular Pressing* (ECAP) is one method used in order to modify the grain size of bulk metal. This study analyzes the effect of pass number on the results of *Bc* route-ECAP treatment of metal, which was placed on the crystal structure changes occurred. The study is also trying to find out whether the desired crystal structure can be predicted based on the pass number. To facilitate this, the study used secondary data *X-ray Diffractometer* (XRD) test results on samples of aluminum are given *Bc* route-ECAP treatment with the variation of different pass number. There are four samples are used. One sample was not given preferential treatment as a comparison sample, three other sample given *Bc* route-ECAP treatment with variations in the number of pass 2, 4, and 8. Qualitative and quantitative analysis of the results of XRD test carried out using the *Rigaku PDXL* software. The results of the analysis showed that *Bc* route-ECAP treatment with in the samples cause changes in the crystal structure, lattice strain, and crystallite size on samples. The *Bc* route-ECAP treatment with the right pass number can be uniform crystal structure becomes more homogeneous and oriented. The desired crystal structure can be predicted based on the number of pass. However, lattice strain and crystallite size cannot be predicted based on the number of pass.

**Keywords:** ECAP, *Bc* route, Pass number, Lattice strain, Crystallite size

## PENDAHULUAN

Proses perlakuan *Equal Channel Angular Pressing* (*ECAP*) merupakan salah satu metode untuk mengontrol strukturmikro material, terutama dalam hal bentuk dan ukuran butir pada sampel logam berbentuk pejal [1]. Proses *ECAP* dilakukan untuk menghasilkan deformasi plastis pada logam guna mereduksi ukuran butir [2-5]. Dalam prakteknya, perlakuan *ECAP* dilakukan pada sebuah *dies* sehingga dimensi dari sampel uji tidak mengalami perubahan. Dengan demikian proses perlakuan *ECAP* pada logam akan menciptakan pula peregangan plastis tanpa harus mengubah dimensi dari logam [6]. Variabel yang dapat dikontrol dalam perlakuan *ECAP* adalah rute [7,8] dan jumlah *pass* [9].

Ada beberapa rute yang biasa digunakan dalam proses *ECAP* antara lain rute A, rute Ba, rute Bc, dan rute C [10]. Skema dari rute tersebut dapat dilihat pada Gambar 1. Masing-masing rute tentu akan memiliki pengaruh yang berbeda terhadap pembentukan geometri logam hasil perlakuan *ECAP*. Berdasarkan penelitian sebelumnya, hasil perlakuan *ECAP* menggunakan rute Bc menghasilkan bentuk strukturmikro yang paling baik dibandingkan dengan rute yang lain [10]. Dengan bentuk strukturmikro yang baik maka akan menghasilkan butiran yang baik sehingga berimplikasi pada pembentukan struktur kristal yang baik. Struktur kristal yang baik akan lebih mudah dianalisis menggunakan *X-Ray Diffractometer* (*XRD*). Berdasarkan hal tersebut, studi kali ini menggunakan sampel uji hasil dari perlakuan *ECAP* dengan rute Bc untuk dianalisis struktur kristalnya menggunakan *XRD*.



Gambar 1. Rute pada proses *ECAP*: (a). Rute A, (b). Rute Ba, (c). Rute Bc dan (d). Rute C [10].

Jumlah *pass* akan berpengaruh terhadap evolusi perubahan strukturmikro, sifat mekanis, dan homogenitas deformasi pada material [11]. Penelitian tentang pengaruh jumlah *pass* terhadap hasil uji *ECAP* pernah dilakukan oleh peneliti sebelumnya [12]. Pada penelitian tersebut dibahas mengenai perbedaan jumlah *pass* berpengaruh terhadap heterogenitas sifat mekanik sampel hasil ujinya [12].

Hasil riset *ECAP* sendiri telah banyak diaplikasikan untuk fabrikasi logam dan logam paduan seperti paduan Cu-Al [13], paduan Mg [7,14-16],

Al-Si-Cu [17], paduan Al-Mg [18], titanium VT 1-0 [19], Cu-3.75Ag [8], Ti-komposit matriks [9], Cu-Cr-Zr [20], dan paduan Al [21]. Proses *ECAP* juga sering dikombinasikan dengan proses perlakuan lain seperti *rolling* [13], ekstrusi hidrostatik [14], tekanan balik [15], dan *ageing* pasca *ECAP* [18].

Riset *ECAP* umumnya hampir sebagian besar dititikberatkan pada investigasi sifat mekanik akibat perlakuan *ECAP* [8-9,14-16,18-20]. Namun, perkembangan terkini mulai banyak yang menginvestigasi variabel yang lebih maju seperti evolusi strukturmikro akibat proses *ECAP* dengan menggunakan *Electron Back Scattering Diffraction* (*EBSD*) [7,15-16,20] dan *Transmission Electron Microscope* (*TEM*) [8,13,15,18] serta investigasi cacat dengan *TEM* [18]. Selain investigasi menggunakan *EBSD* dan *TEM*, investigasi menggunakan *XRD* juga mulai banyak dilakukan pada riset *ECAP* [7,9,13,15,18]. Investigasi yang umumnya dilakukan pada riset *ECAP* menggunakan *XRD* adalah deteksi perubahan ukuran butir secara kuantitatif dari pengukuran pelebaran puncak difraksi [13], deteksi regangan dari regangan kisi [15,18], mengukur tekstur secara kuantitatif [7], dan mendeteksi perubahan fasa [9].

Dari paparan tersebut, sebetulnya banyak hal yang dapat dikaji dari proses *ECAP* menggunakan *XRD*. Oleh sebab itu, tulisan ini ingin mencoba mengamati suatu perubahan yang terjadi akibat perlakuan *ECAP* menggunakan uji *XRD*. Salah satu penelitian menyatakan bahwa kerusakan pada logam Al-5052 dapat diprediksi selama proses *ECAP* dimana salah satu variabel yang diamati perubahannya adalah distribusi regangan dari regangan kisi menggunakan interpretasi *XRD* [21]. Adanya perubahan regangan yang signifikan sehingga dapat dipetakan dalam distribusi regangan tersebut mengindikasikan adanya kemungkinan suatu perubahan struktur kristal (fasa) yang signifikan pula pada sampel Al-5052 yang diberi perlakuan *ECAP*. Oleh sebab itu, tulisan ini akan mencoba membuktikannya. Studi ini juga bertujuan untuk mengetahui struktur kristal yang diinginkan dapat ditentukan berdasarkan jumlah *pass* yang diset.

## METODE PERCOBAAN

Studi ini memfokuskan pada bagaimana analisis difraksi sinar-X dapat digunakan untuk mendeteksi perubahan struktur kristal suatu sampel hasil perlakuan *ECAP* dengan variasi jumlah *pass*. Untuk memudahkan pembahasan, maka dipilih contoh kasus logam yang diberikan perlakuan *ECAP* dengan variasi jumlah *pass*. Contoh kasus logam yang digunakan adalah aluminium paduan Al-5052 (96,63 wt.% Al, 2,66 wt.% Mg, 0,13 wt.% Si, 0,27 wt.% Fe, 0,0007 wt.% Cu, 0,006 wt.% Mn, 0,012 wt.% Zn, 0,007 wt.% V, dan 0,23 wt.% Cr) berbentuk silinder dengan dimensi panjang 65 mm dan diameter 13,5 mm.

Ada empat variasi sampel uji yaitu sampel tanpa perlakuan ECAP sebagai sampel pembanding, sampel dengan perlakuan ECAP 2 pass, sampel dengan perlakuan ECAP 4 pass, dan sampel dengan perlakuan ECAP 8 pass. Dikarenakan variasi dilakukan pada jumlah pass, maka kontrol variabel perlakuan lainnya dibuat sama yaitu suhu homogenasi sebelum perlakuan ECAP adalah 550 °C dengan waktu tahan 12 jam serta rute yang digunakan adalah rute Bc.

Uji XRD dilakukan dengan rentang sudut 2 $\theta$  dari 10° hingga 100°. Sementara itu, analisis kualitatif dan kuantitatif struktur kristal berbasis hasil uji XRD tersebut dilakukan menggunakan perangkat lunak Rigaku PDXL.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 2 menunjukkan pola-pola difraksi pada sampel uji aluminium paduan sebelum dan sesudah diberi perlakuan ECAP. Pola-pola difraksi sinar-X pada Gambar 2 telah terlebih dahulu dianalisis fasanya dan dilakukan proses *refinement* menggunakan metode yang paling konvergen pada tiap pola difraksi. Perhitungan komposisi fasa pada tiap-tiap pola difraksi dilakukan menggunakan metode *Reference Intensity Ratio (RIR)*. Proses *refinement* pada pola difraksi sampel tanpa perlakuan ECAP dan sampel dengan perlakuan 2 pass menggunakan kombinasi metode *Rietveld* [22] dan *Whole Powder Pattern Decomposition (WPPD)* [23].

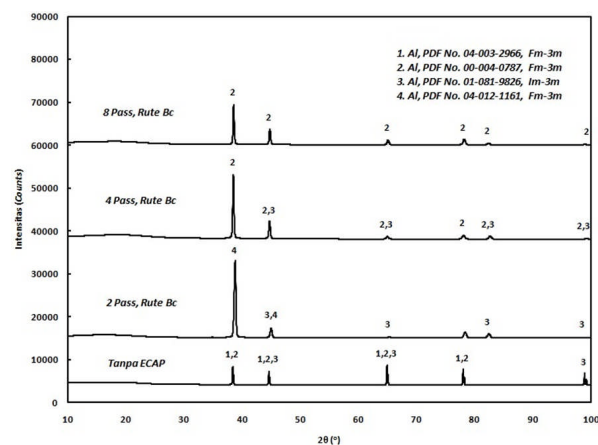
Sedangkan proses *refinement* pada pola difraksi sampel dengan perlakuan ECAP 4 pass dan ECAP 8 pass menggunakan metode WPPD [23]. Nilai-nilai *Rwp* yang diperoleh berkisar 6-8%, sedangkan nilai *chi*<sup>2</sup> yang diperoleh berkisar antara 1,2 sampai 1,6, sehingga dapat dikatakan hasil analisis XRD cukup konvergen dan layak untuk digunakan. Dalam Gambar 2 hanya ditampilkan fasa-fasa aluminium saja, tanpa menampilkan fasa-fasa pengotor. Hal ini dikarenakan pembahasan hanya akan difokuskan pada fasa aluminium saja dan dikarenakan pula komposisi pengotor cukup kecil, yaitu di bawah 4%. Semua fasa aluminium yang terdeteksi memiliki

karakteristik nilai parameter kisi  $a = b = c$  dan sudut  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$  yang menandakan struktur kristalnya adalah kubik.

Pola difraksi sinar-X sampel aluminium yang tidak diberikan perlakuan ECAP dapat dilihat pada pola difraksi sinar-X paling bawah dalam Gambar 2. Dari Gambar 2 tersebut terlihat bahwa terdapat tiga fasa aluminium pada sampel pembanding yang tidak diberikan perlakuan ECAP. Fasa dengan kode 1 dan 2 merupakan fasa aluminium yang memiliki grup ruang *Fm-3m*, yang berarti berstruktur *Face Centered Cubic (FCC)*. Sementara itu, fasa dengan kode 3 memiliki grup ruang *Im-3m*, yang berarti berstruktur *Body Centered Cubic (BCC)*. Meskipun sama-sama memiliki struktur FCC, fasa dengan kode 1 dan 2 masih tetap dapat dibedakan karena memiliki nilai parameter kisi  $a$  yang berbeda. Fasa dengan kode 1 memiliki nilai  $a$  sebesar 4,06003 Å sedangkan fasa dengan kode 2 memiliki nilai  $a$  sebesar 4,0618 Å. Sementara itu fasa aluminium BCC dengan kode fasa 3 memiliki nilai  $a$  sebesar 2,86768 Å. Berdasarkan analisis kuantitatif yang dilakukan, komposisi pada sampel pembanding ini terdiri dari 39 wt.% aluminium FCC ( $a = 4,06003$  Å), 55 wt.% aluminium FCC ( $a = 4,0618$  Å), dan 6 wt.% aluminium BCC, sehingga bila dikelompokkan menjadi FCC dan BCC, komposisinya menjadi 94 wt.% aluminium FCC dan 6 wt.% aluminium BCC.

Dengan memperhatikan pola difraksi sinar-X kedua dari bawah pada Gambar 2, dapat kita lihat struktur kristal yang terbentuk pada sampel aluminium yang dikenai perlakuan ECAP dengan rute Bc dengan jumlah pass sebanyak dua pass. Pada sampel ini, terbentuk dua fasa aluminium yang ditandai dengan kode 3 dan 4 pada puncak-puncak pola difraksinya. Kode 3 menunjukkan fasa yang terbentuk adalah aluminium dengan struktur BCC, sementara kode 4 menunjukkan fasa yang terbentuk adalah aluminium dengan struktur FCC. Fasa dengan kode 3 memiliki parameter kisi  $a$  sebesar 2,8638 Å, sedangkan fasa dengan kode 4 memiliki parameter kisi  $a$  sebesar 4,0247 Å.

Berdasarkan hasil perhitungan analisis kuantitatif, komposisi sampel yang mengalami perlakuan ECAP dengan rute Bc dan 2 pass ini memiliki komposisi 16 wt.% fasa aluminium BCC dan 81 wt.% fasa aluminium FCC. Bila dibandingkan dengan sampel pembanding, diperoleh informasi bahwa proses ECAP pada aluminium dapat mengubah struktur kristalnya. Dari sampel dengan perlakuan ECAP 2 pass, hanya dihasilkan satu fasa aluminium FCC saja, berbeda dengan sampel pembanding yang terdapat dua struktur aluminium FCC. Hal ini menunjukkan proses ECAP dapat merapikan struktur kristal aluminium FCC menjadi lebih homogen. Sedangkan dari sisi komposisi fasa-fasa aluminium FCC dan BCC yang terbentuk, dapat kita lihat suatu fenomena bahwa perlakuan ECAP pada sampel aluminium dengan rute Bc dan jumlah pass sebanyak 2 pass meningkatkan struktur aluminium BCC sebesar 10 wt.% dan menurunkan struktur aluminium FCC sebesar 13 wt.%.

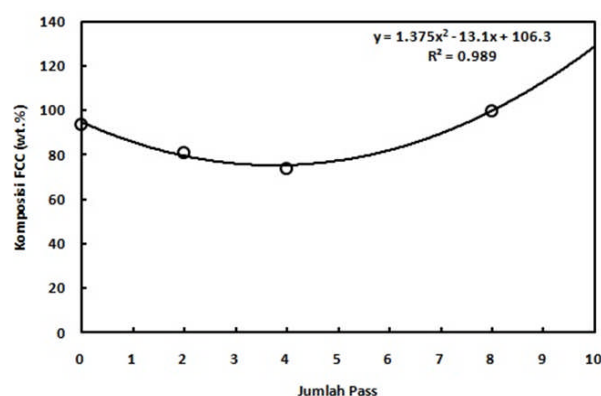


Gambar 2. Pola difraksi sinar-X sampel-sampel uji

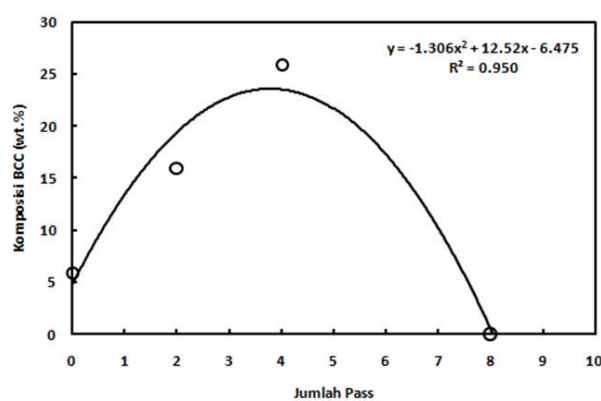
Masih memperhatikan Gambar 2, namun kini kita fokuskan pada pola difraksi sinar-X ketiga dari bawah, yaitu sampel aluminium yang mengalami perlakuan *ECAP* dengan rute *Bc* dan jumlah *pass* sebanyak 4 *pass*. Pada sampel ini terbentuk fasa aluminium *FCC* dengan nilai parameter kisi *a* sebesar 4,06359 Å (kode 2) dan fasa aluminium *BCC* dengan nilai parameter kisi *a* sebesar 2,86638 Å (kode 3). Berdasarkan hasil perhitungan analisis kuantitatif, diketahui komposisi sampel aluminium dengan perlakuan *ECAP* 4 *pass* ini memiliki komposisi 74 wt.% fasa aluminium *FCC* dan 26 wt.% fasa aluminium *BCC*. Dengan membandingkan dengan sampel pembanding (tanpa perlakuan *ECAP*), diperoleh informasi bahwa perlakuan *ECAP* 4 *pass* dengan rute *Bc* dapat meningkatkan struktur *BCC* sebesar 20 wt.% dan menurunkan struktur *FCC* sebesar 20 wt.% serta membuat struktur *FCC* yang jauh lebih homogen. Bila dibandingkan dengan sampel dengan perlakuan *ECAP* 2 *pass*, sampel ini mengalami penurunan komposisi struktur *FCC* sebesar 7 wt.% dan peningkatan komposisi struktur *BCC* sebesar 10 wt.%.

Dari pola difraksi sinar-X paling atas pada Gambar 2, yaitu sampel aluminium yang mengalami perlakuan *ECAP* dengan rute *Bc* dengan jumlah *pass* sebanyak 8 *pass*, dapat dilihat terdapat satu fasa, yaitu fasa aluminium *FCC* yang ditandai dengan kode fasa 2. Fasa aluminium *FCC* ini memiliki parameter kisi *a* sebesar 4,06064 Å. Dengan membandingkan dengan sampel lainnya, sampel aluminium dengan perlakuan *ECAP* 8 *pass* ini memiliki struktur kristal yang paling homogen (karena hanya terdapat satu fasa *FCC* saja). Pada sampel ini juga tidak lagi ditemukan fasa aluminium *BCC*. Dari sisi konvergenitas *refinement* pola difraksinya, sampel dengan perlakuan *ECAP* 8 *pass* ini memiliki parameter yang paling konvergen dibanding sampel lainnya. Nilai  $\chi^2$  sampel ini adalah 1,237 dan nilai *Rwp*-nya adalah 6,37%, paling konvergen diantara sampel-sampel lainnya yang hanya memiliki nilai  $\chi^2$  berkisar antara 1,3 sampai 1,6. Dengan demikian, sampel dengan perlakuan *ECAP* 8 *pass* memiliki struktur kristal yang paling rapi diantara sampel lainnya.

Bila kita plotkan perubahan komposisi baik fasa aluminium *FCC* maupun aluminium *BCC* terhadap peningkatan jumlah *pass* pada proses *ECAP* rute *Bc*, kemudian ditarik garis regresinya, maka akan kita dapatkan garis regresi polinomial orde 2 seperti yang terlihat pada Gambar 3 dan Gambar 4. Nilai  $R^2$  pada Gambar 3 adalah 0,989, sementara pada Gambar 4 adalah 0,95. Idealnya, titik plot (titik aktual) tepat berada pada garis regresi sehingga bila dibagi antara titik di garis regresi dengan titik aktual akan menghasilkan nilai 1 (satu). Nilai 1 (satu) itulah yang merupakan nilai  $R^2$  ideal. Dengan demikian, nilai  $R^2 = 1$  menunjukkan hubungan yang sangat signifikan antara nilai ideal dengan nilai aktual, yang berimplikasi pada kuatnya hubungan antara sumbu-*x* (absis) dengan sumbu-*y* (ordinat). Sebaliknya, bila nilai  $R^2$  semakin jauh dari 1 (satu), maka semakin



**Gambar 3.** Kurva perubahan komposisi struktur *FCC* pada fasa aluminium terhadap jumlah *pass* pada proses *ECAP* rute *Bc*.



**Gambar 4.** Kurva perubahan komposisi struktur *BCC* pada fasa aluminium terhadap jumlah *pass* pada proses *ECAP* rute *Bc*.

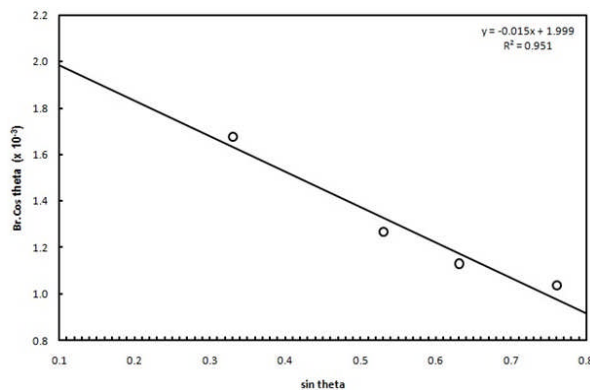
tidak ada hubungan yang signifikan antara sumbu-*x* dengan sumbu-*y*, sehingga bisa dikatakan data semakin tidak valid. Bila kita perhatikan Gambar 3 dan Gambar 4, kedua garis regresi polinomial orde 2 memiliki nilai  $R^2$  yang mendekati 1 (satu), dengan demikian kurva pada Gambar 3 dan Gambar 4 valid untuk digunakan. Dari Gambar 3 kita peroleh persamaan polinomial orde 2 yaitu  $y = 1,375x^2 - 13,1x + 106,3$ , dengan *x* adalah jumlah *pass* dan *y* adalah komposisi fasa aluminium *FCC* dalam wt.%. Kurva pada Gambar 3 ini memiliki titik puncak minimum. Titik puncak minimumnya terjadi pada saat turunan pertama dari persamaan tersebut bernilai nol. Turunan pertama dari persamaan tersebut adalah  $y' = 2,75x - 13,1$ . Nilai *x* pada saat  $y' = 0$  merupakan jumlah *pass* untuk memperoleh komposisi fasa aluminium *FCC* paling minimum. Jumlah *pass* untuk mencapai komposisi *FCC* minimum sendiri adalah 4,7636. Dikarenakan jumlah *pass* harus bulat, maka jumlah *pass* untuk mencapai komposisi minimum adalah 4 *pass* (pembulatan ke bawah, karena bila dibulatkan ke atas akan melewati titik minimum). Pada saat jumlah *pass* adalah 4, komposisi fasa aluminium *FCC* yang dapat dihasilkan adalah 75,9 wt.%. Tidak jauh berbeda dengan kurva pada Gambar 3, pada Gambar 4 pun terdapat kurva polinomial orde 2. Kurva regresi yang terdapat pada

Gambar 4 ini memiliki persamaan regresi polinomial orde 2 yaitu  $y = -1,306 x^2 + 12,52 x - 6,475$ . Bertolak belakang dengan kurva pada Gambar 3, kurva pada Gambar 4 ini justru memiliki titik maksimum. Turunan pertamanya memiliki persamaan  $y' = -2,612 x + 12,52$ , yang berarti titik maksimum diperoleh pada saat nilai  $x = 4,7933$ . Dengan pembulatan ke bawah maka akan diperoleh nilai  $x = 4$ . Pada saat nilai  $x = 4$ , akan diperoleh nilai komposisi fasa aluminium BCC sebesar 22,709 wt.%.

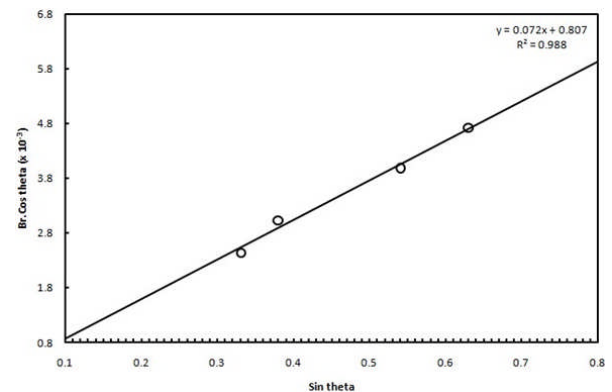
Dengan demikian, pada perlakuan 4 pass akan diperoleh jumlah pass ketika menghasilkan komposisi fasa FCC paling minimum dan komposisi fasa BCC paling maksimum. Dengan persamaan polinomial orde 2 seperti ini, dapat diperkirakan berapa jumlah pass yang diperlukan untuk memperoleh komposisi FCC atau BCC yang diinginkan dengan tetap memperhatikan batas maksimum dan minimumnya. Batasan tersebut yaitu komposisi fasa FCC tidak akan lebih kecil daripada 75,9 wt.% dan komposisi fasa BCC tidak akan melebihi 22,709 wt.%. Dengan demikian, hasil ini sesuai dengan hipotesis bahwa berdasarkan penelitian sebelumnya, yaitu proses ECAP yang menyebabkan perubahan regangan [21] memungkinkan pula terjadinya perubahan struktur kristal (fasa).

Perlakuan ECAP pada sampel yang berpengaruh terhadap perubahan struktur kristalnya dan berimplikasi pada perubahan regangan kisi dan ukuran kristalit. Oleh

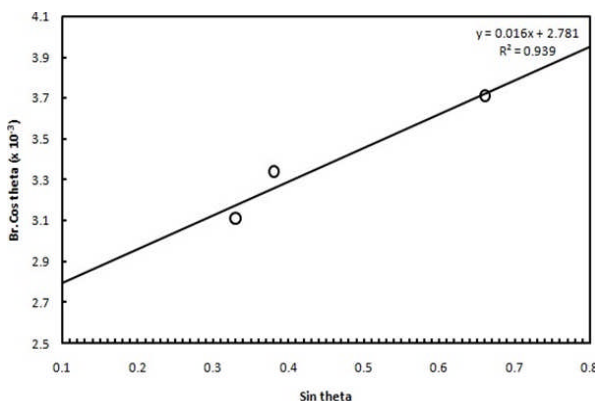
sebab itu, perlu melihat perubahan regangan kisi dan ukuran kristalit yang terjadi pada sampel sebelum dan setelah mengalami perlakuan ECAP rute Bc dengan berbagai variasi jumlah pass. Untuk menghitung nilai regangan kisi dan ukuran kristalit berdasarkan data  $2\theta$  dan lebar setengah puncak (*FWHM*) difraksi sinar-x, diplot garis regresi linier dengan sumbu-x berupa nilai  $\sin \theta$  dan sumbu-y yang berupa nilai  $\text{Br} \cdot \cos \theta$  [24]. Nilai  $\sin \theta$  dan  $\cos \theta$  dapat dihitung langsung dari nilai  $2\theta$ , sementara nilai  $\text{Br}$  diperoleh dari operasi matematika  $\text{Br}^2 = \text{Bo}^2 - \text{Bi}^2$ , dengan  $\text{Bo}$  merupakan nilai lebar dasar puncak difraksi dan  $\text{Bi}$  merupakan nilai *FWHM* [24]. Persamaan-persamaan garis linier tersebut harus menunjukkan nilai  $R^2 = 1$  atau mendekati 1 (satu). Nilai  $R^2$  dari persamaan garis linier ini pada masing-masing sampel sudah menunjukkan nilai yang mendekati 1 (satu) yang artinya valid untuk digunakan. Kurva-kurva persamaan linier untuk menentukan ukuran kristalit dan regangan kisi ini dapat dilihat pada Gambar 5, Gambar 6, Gambar 7, dan Gambar 8. Titik potong dari persamaan linier ini merupakan nilai dari persamaan  $(k\lambda)/L$  [24], dengan  $\lambda$  sebesar 0,1541 nm (sesuai dengan nilai panjang gelombang XRD yang digunakan) dan  $L$  merupakan ukuran kristalit dalam nm, sementara nilai  $k$  dapat digunakan antara 0,94-1 [24]. Masing-masing garis regresi linier memiliki titik potong. Dengan menggunakan nilai  $k = 1$ , maka kita dapat menghitung ukuran



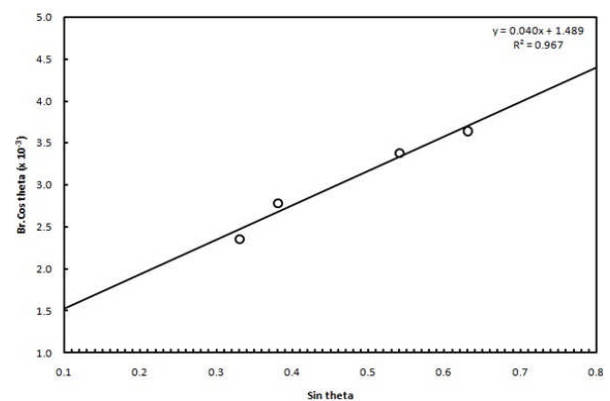
**Gambar 5.** Kurva regresi linier  $\text{Br} \cdot \cos \theta$  terhadap  $\sin \theta$  pada sampel tanpa perlakuan ECAP.



**Gambar 7.** Kurva regresi linier  $\text{Br} \cdot \cos \theta$  terhadap  $\sin \theta$  pada sampel dengan perlakuan ECAP rute Bc dan 4 pass.



**Gambar 6.** Kurva regresi linier  $\text{Br} \cdot \cos \theta$  terhadap  $\sin \theta$  pada sampel dengan perlakuan ECAP rute Bc dan 2 pass.



**Gambar 8.** Kurva regresi linier  $\text{Br} \cdot \cos \theta$  terhadap  $\sin \theta$  pada sampel dengan perlakuan ECAP rute Bc dan 8 pass.

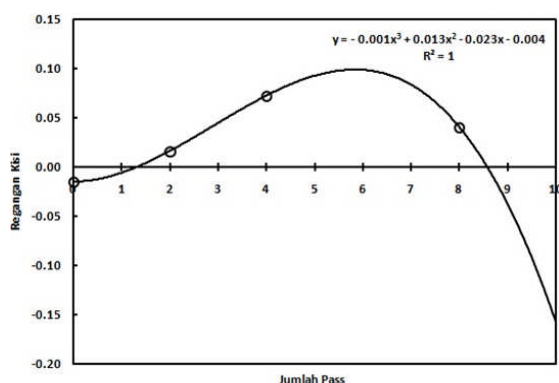


kristalinitasnya ( $L$ ). Sementara itu nilai regangan kisi merupakan nilai gradien dari persamaan regresi liniernya [24]. Rangkuman keseluruhan hasil perhitungan regangan kisi dan ukuran kristalit pada semua sampel uji dapat dilihat pada Tabel 1.

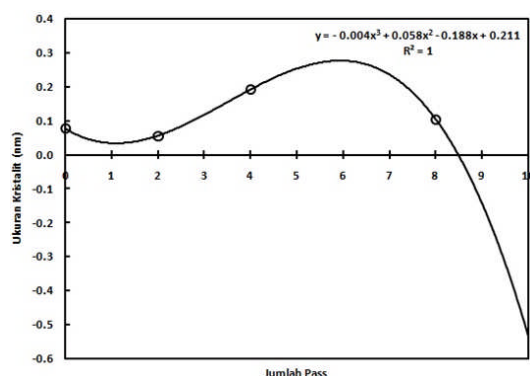
**Tabel 1.** Hasil perhitungan regangan kisi dan ukuran kristalit pada sampel-sampel uji.

Perlakuan	Persamaan Linier	$R^2$	Regangan Kisi	Ukuran Kristalit (nm)
Sebelum ECAP	$y = -0,015x + 1,999$	0,951	-0,015	0,077089
ECAP, 2 pass, rute Bc	$y = 0,016x + 2,781$	0,939	0,016	0,055412
ECAP, 4 pass, rute Bc	$y = 0,072x + 0,807$	0,988	0,072	0,190954
ECAP, 8 pass, rute Bc	$y = 0,040x + 1,489$	0,967	0,040	0,103492

Bila diplotkan menjadi suatu persamaan garis antara regangan kisi maupun ukuran kristalit (sebagai sumbu- $y$ ) terhadap jumlah pass pada perlakuan ECAP (sumbu- $x$ ) akan diperoleh persamaan garis regresi polinomial orde 3 seperti yang terlihat pada Gambar 9 dan Gambar 10. Berdasarkan kurva regresi polinomial orde 3 pada Gambar 9 dan Gambar 10 tersebut, diperoleh perubahan regangan kisi dan ukuran kristalit sangat fluktuatif terhadap jumlah *pass*, artinya sulit untuk memprediksi jumlah *pass* yang tepat untuk memperoleh ukuran kristalit yang diinginkan maupun regangan kisi yang diharapkan. Dari percobaan ini, dapat diketahui nilai regangan kisi maksimum, regangan kisi minimum, ukuran kristalit maksimum, dan ukuran kristalit minimum



**Gambar 9.** Kurva regresi polinomial orde 3 hubungan antara regangan kisi terhadap jumlah *pass*.



**Gambar 10.** Kurva regresi polinomial orde 3 hubungan antara ukuran kristalit terhadap jumlah *pass*.

seperti diperlihatkan pada Tabel 1. Informasi menunjukkan bahwa perlakuan ECAP menyebabkan peregangan kisi dan perubahan ukuran kristalit saja namun tidak ada tren perubahan yang signifikan meningkat atau menurun antara jumlah *pass* terhadap nilai regangan kisi dan ukuran kristalit.

## KESIMPULAN

Dari hasil percobaan yang dilakukan dapat diperoleh beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Proses perlakuan ECAP rute Bc menyebabkan perubahan struktur kristal pada sampel uji.
2. Proses perlakuan ECAP rute Bc dengan jumlah *pass* yang tepat dapat menyeragamkan struktur kristal sampel uji menjadi lebih homogen.
3. Pada proses perlakuan ECAP rute Bc, komposisi fasa (struktur kristal) yang diinginkan dapat ditentukan berdasarkan jumlah *pass* yang tepat dengan prediksi menggunakan persamaan garis regresi polinomial orde 2 dengan sumbu- $x$  (absis) adalah jumlah *pass* yang akan ditentukan dan sumbu- $y$  (ordinat) adalah komposisi fasa (struktur kristal) yang diinginkan.
4. Komposisi fasa aluminium FCC minimum (75,9 wt.%) dan jumlah fasa aluminium BCC maksimum (22,709 wt.%) terjadi pada perlakuan 4 *pass*. Sementara pada perlakuan 8 *pass* hanya terbentuk fasa aluminium FCC.
5. Perbedaan jumlah *pass* pada proses perlakuan ECAP rute Bc pada sampel uji menyebabkan perubahan regangan kisi dan ukuran kristalit, namun nilainya bersifat fluktuatif sehingga tidak dapat diprediksi berdasarkan jumlah *pass* yang ditentukan.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terimakasih disampaikan kepada P2MM-LIPI yang menyediakan sampel uji Al-5052 serta memberikan fasilitas pengujian ECAP rute Bc, P2F-LIPI yang menyediakan fasilitas analisis XRD dengan perangkat lunak Rigaku PDXL dan kepada Priambodo, S.Si. dari UIN Syarif Hidayatullah sebagai operator XRD.

## DAFTAR ACUAN

- [1]. X. Tong, H. Miyamoto, and T. Uenoya. "Equal-Channel Angular Pressing as a New Processing to Control the Microstructure and Texture of Metallic Sheets". *Materials Sciences and Applications*, vol. 3, no. 9, pp. 600-605, September 2012.
- [2]. B. An, Z. Li, X. Diao, H. Xin, Q. Zhang, X. Jia, Y. Wu, K. Li, and Y. Guo. "In Vitro and In Vivo Studies of Ultrafine-Grain Ti as Dental Implant Material Processed by ECAP". *Materials Science and Engineering C*, vol. 67, pp. 34-41, 2016.
- [3]. J. Leuthold, G. Reglitz, M. Wegner, G. Wilde, and S. V. Divinski. "Local Texture-Microstructure

- Correlation Due to Deformation Localization in ECAP-Processed Nickel". *Materials Science and Engineering A*, vol. 669, pp. 196-204, July 2016.
- [4]. Y. Yuan, A. Ma, X. Gou, J. Jiang, G. Arhin, D. Song, and H. Liu. "Effect of Heat Treatment and Deformation Temperature on the Mechanical Properties of ECAP Processed ZK60 Magnesium Alloy". *Materials Science and Engineering A*, vol. 677, pp. 125-132, 2016.
  - [5]. Y. Yan, Y. Qi, L. J. Chen, and X. W. Li. "Strain Rate-Dependent High Temperature Compressive Deformation Characteristics of Ultrafine-Grained Pure Aluminum Produced by ECAP", *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 26, no. 4, pp. 966-973, April 2016.
  - [6]. C. G. de Faria, R. B. Figueiredo, M. T. P. Aguilar, and P. R. Cetlin. "Strain Path Effects on the Development of Shear Bands During Shear Tests in Aluminum Alloy Processed by ECAP". *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 4 (3), pp. 297-303, July-September 2015.
  - [7]. J. Suh, J. Victoria-Hernandez, D. Letzig, R. Golle, and W. Volk. "Effect of Processing Route on Texture and Cold Formability of AZ31 Mg Alloy Sheets Processed by ECAP". *Materials Science and Engineering A*, vol. 669, pp. 159-170, July 2016.
  - [8]. F. H. latief and S. I. Hong. "Effect of Pressing Routes on the Microstructure and Strength in Equal Channel Angular Pressing of Cu-3.75 Ag". *Met. Mater. Int.*, vol. 21 (4), pp. 746-752, July 2015.
  - [9]. Y. Han, J. Li, G. Huang, Y. Lv, X. Shao, W. Lu, and D. Zhang. "Effect of ECAP Numbers on Microstructure and Properties of Titanium Matrix Composite". *Materials and Design*, vol. 75, pp. 113-119, June 2015.
  - [10]. P. Venkatachalam, S. R. Kumar, B. Ravisankar, V. T. Paul, and M. Vijayalakshmi. "Effect of Processing Routes on Microstructure and Mechanical Properties of 2014 Al Alloy Processed by Equal Channel Angular Pressing". *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 20 (10), pp. 1822-1828, October 2010.
  - [11]. M. I. A. El Aal and M. M. Sadawy. "Influence of ECAP as Grain Refinement Technique on Microstructure Evolution, Mechanical Properties and Corrosion Behavior of Pure Aluminum". *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 25(12), pp. 3865-3876, December 2015.
  - [12]. B. Ballóková, M. Besterčí, K. Sülleiová, M. Balog, and S. J. Huang. "Effects of ECAP on the Mechanical Properties of Mg-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanocomposites". *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, vol. 69 (1), pp. 10-17, March 2015.
  - [13]. W. Wei, S. L. Wang, K. X. Wei, I. V. Alexandrov, Q. B. Du, and J. Hu. "Microstructure and Tensile Properties of Cu-Al Alloys Processed by ECAP and Rolling at Cryogenic Temperature". *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 678, pp. 506-510, September 2016.
  - [14]. R. Yuan, Z. Wu, H. Cai, L. Zhao, and X. Zhang. "Effects of Extrusion Parameters on Tensile Properties of Magnesium Alloy Tubes Fabricated via Hydrostatic Extrusion Integrated with Circular ECAP". *Materials and Design*, vol. 101, pp. 131-136, July 2016.
  - [15]. J. Shen, V. Gartnerova, L. J. Kecskes, K. Kondoh, A. Jager, and Q. Wei. "Residual Stress and its Effect on the Mechanical Properties of Y-doped Mg Alloy Fabricated via Back-Pressure Assisted Equal Channel Angular Pressing (ECAP-BP)". *Materials Sciences and Engineering A*, vol. 669, pp. 110-117, July 2016.
  - [16]. P. Minarik, R. Kral, J. Cizek, and F. Chmelik. "Effect of Different c/a Ratio on the Microstructure and Mechanical Properties in Magnesium Alloys Processed by ECAP". *Acta Materialia*, vol. 107, pp. 83-95, July 2016.
  - [17]. C. T. W. Proni, L. V. Torres, R. Haghayeghi, and E. J. Zoqui. "ECAP: an Alternative Route for Producing AlSiCu for Use in SSM Processing". *Materials Characterization*, vol. 118, pp. 252-262, August 2016.
  - [18]. T. Tanski, P. Snopinski, W. Pakiel, W. Borek, K. Prusik, and S. Rusz. "Structure and Properties of AlMg Alloy after Combination of ECAP and Post-ECAP Ageing". *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, vol. 16 (3), pp. 325-334, May 2016.
  - [19]. V. I. Betekhtin, J. Dvorak, A. G. Kadomtsev, B. K. Kardashev, M. V. Narykova, G. K. Raab, V. Sklenicka, and S. N. Faizova. "Durability and Static Strength of Microcrystalline Titanium VT1-0 Obtained by Equal-Channel Angular Pressing". *Technical Physics Letters*, vol. 41 (1), pp. 80-82, January 2015.
  - [20]. K. Abib, J. A. M. Balanos, B. Alili, D. Bradai. "On the Microstructure and Texture of Cu-Cr-Zr Alloy After Severe Plastic Deformation by ECAP". *Materials Characterization*, vol. 112, pp. 252-258, February 2016.
  - [21]. R. Comaneci, L. Zaharia, and R. Chelariu. "Damaging Prediction of Difficult-to-Work Aluminum Alloys During Equal Channel Angular Pressing". *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 21 (3), pp. 287-297, March 2012.
  - [22]. H. M. Rietveld. "A Profile Refinement Method for Nuclear and Magnetic Structure". *J. Appl. Cryst.*, vol. 2, pp. 65-71, June 1969.
  - [23]. H. Toraya. "Whole-Powder-Pattern Decomposition Method". *The Rigaku Journal*, vol. 6 (2), pp. 28-34, November 1989.
  - [24]. C. Suryanarayana and M. Grant Norton. *X-Ray Diffraction: a Practical Approach*. New York, NY, USA: Plenum Press, 1998, pp. 207-221